

539261

10/539261

(12) NACH DEM VERTRÄG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
12. August 2004 (12.08.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2004/068101 A2(51) Internationale Patentklassifikation⁷: G01N

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/DE2004/000089

(22) Internationales Anmeldedatum:
22. Januar 2004 (22.01.2004)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
103 03 107.3 27. Januar 2003 (27.01.2003) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): SLS MICRO TECHNOLOGY GMBH [DE/DE]; Tempowerkring 17, 21079 Hamburg (DE).

(72) Erfinder; und
(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): LEHMANN, Uwe [DE/DE]; Wildenbruchstrasse 5, 22587 Hamburg (DE).

GLAMPE, Oliver [DE/DE]; Balauerfohr 3, 23552 Lübeck (DE).

(74) Anwalt: POHL, Manfred; Kirchenhang 32 B, 21073 Hamburg (DE).

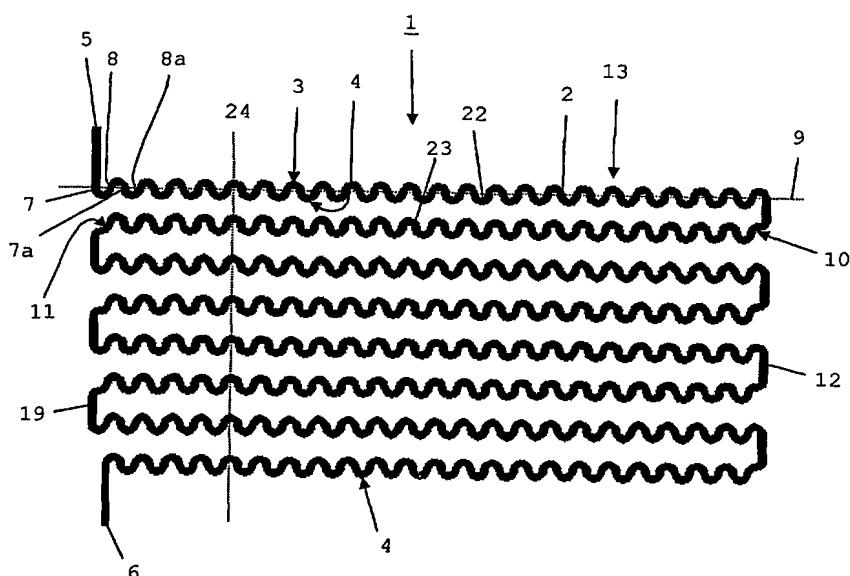
(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: SEPARATING COLUMN, ESPECIALLY FOR A MINIATURISED GAS CHROMATOGRAPH

(54) Bezeichnung: TRENNSÄULE, INSbesondere FÜR EINEN MINIATURISIERTEN GASCHROMATOGRAPHEN



(57) Abstract: The invention relates to a separating column, especially for a miniaturised gas chromatograph, in addition to a micro-chromatograph provided with one or more inventive separating column. The inventive separating column prevents the known racetrack effect and can therefore be produced in a simple and economical manner. The separating column (1) comprises a channel (2) for a flow of fluid having analysate molecules. The flow of fluid comprises counter flowing curves (3, 4) with turning points (7, 8), the average diameter of the channel (2) is greater than the length of the path traversed by an analysate molecule when diffused between two turning points (7, 7a; 8, 8a).

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2004/068101 A2



ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

Veröffentlicht:

- ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts

(57) Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft eine Trennsäule, insbesondere für einen miniaturisierten Gaschromatographen, sowie einen Mikro-Chromatographen mit einer oder mehreren erfindungsgemäßen Trennsäulen. Die erfindungsgemäße Trennsäule vermeidet den sogenannten "Rennbahn"-Effekt und ist dabei einfach und kostengünstig in der Herstellung. Die Trennsäule (1) besitzt einen Kanal (2) für einen Fluidstrom mit Analysatmolekülen, der gegenläufige Krümmungen (3, 4) mit Wendepunkten (7, 8) aufweist, wobei der mittlere Durchmesser des Kanals (2) größer ist als die Strecke, die ein Analysatmolekül durch Diffusion auf seinem Weg zwischen zwei Wendepunkten (7, 7a; 8, 8a) zurücklegt.

TRENNSÄULE, INSBESONDERE FÜR EINEN MINIATURISIERTEN GASCHROMATOGRAPHEN

Die Erfindung betrifft eine Trennsäule, insbesondere für einen miniaturisierten Gaschromatographen. Darüber hinaus betrifft die Erfindung auch einen Mikro-Chromatographen, insbesondere einen Mikro-Gaschromatographen, mit einer oder mehreren erfindungsgemäßen Trennsäulen.

Die Trennleistung einer Chromatographiesäule hängt neben anderen Parametern (Temperatur, Druck, Durchflußgeschwindigkeit, Säulenmaterial usw.) auch von der Säulenlänge ab. In der Regel erhöht sich dabei die Trennleistung der Säule mit zunehmender Länge, da die Zeit der Wechselwirkung der zu trennenden Probenkomponenten mit der stationären Phase verlängert wird. Bei miniaturisierten Analysesystemen, beispielsweise einem Mikro-Gaschromatographen, müssen geeignete Maßnahmen ergriffen werden, um eine Säule mit ausreichender bzw. optimaler Länge auf dem geringen zur Verfügung stehenden Platz realisieren zu können. Dadurch wird es erforderlich, auf einen geradlinigen Verlauf des Trennkanals der Trennsäule zu verzichten und "gekrümmte" Säulen, beispielsweise mit spiralförmigem Trennkanal, vorzusehen. Eine Trennsäule mit spiralförmiger Geometrie ist beispielsweise aus der DE 19726000 bekannt.

Bei solchen "gekrümmten" Säulen ist beobachtet worden, daß die Trennschärfe im Vergleich zu "klassischen" geraden Chromatographiesäulen vergleichbarer Länge deutlich schlechter ist. Insbesondere ist eine Verbreiterung der Analysatbanden bzw. der Analysat-Peaks zu beobachten. Dies wird auf den so-

- 2 -

genannten "Rennbahn"-Effekt (engl. "race-track" effect) zurückgeführt. In einem gekrümmten Abschnitt des Trennkanals der Trennsäule haben Analysatmoleküle, die sich auf der Innenseite des Kanals (einer "Innenbahn"), an der in Krümmrichtung liegenden Kanalwand, aufhalten, einen vergleichsweise kürzeren Weg zurückzulegen als Moleküle im äußeren Randbereich (einer "Außenbahn") des Trennkanals. Unter anderem dadurch kommt es zu einer geometrischen Defokussierung des Analysatpaketes (ein Bereich des Fluidstroms, in dem die Analyt 5 satmoleküle angereichert sind), die sich auf dem Weg durch die Säule weiter verstärken kann.

Um diesem Problem zu begegnen, ist beispielsweise von Culbertson et al. (2000, In: van den Berg et al. (Hrsg.): Micro 15 Total Analysis Systems 2000, S. 221-224) vorgeschlagen worden, eine spiralförmige Säule mit möglichst großem Krümmungsradius zu verwenden. Naturgemäß wird dies um so schwieriger, je kleiner die Analysegeräte werden und je weniger Platz zur Verfügung steht.

20

Lagally et al. (2000, In: van den Berg et al. (Hrsg.): Micro Total Analysis Systems 2000, S. 217-220) schlagen für mäanderförmige Säulen konusartige Verengungen bzw. Erweiterungen des Trennkanalquerschnitts vor und hinter einer Krümmung vor, 25 um den "Rennbahn"-Effekt zu minimieren. Als besonders geeignet erwies sich ein Verhältnis des Kanaldurchmessers vor einer Verengung zum verengten Kanaldurchmesser von 4:1. Solche Säulen mit verschiedenen Kanalquerschnitten sind aber aufwendig in der Herstellung. Des weiteren sind die durch die Kanalquerschnittsänderungen in der Trennsäule bewirkten Geschwindigkeitsänderungen der Analysatmoleküle und daraus resultierenden unterschiedlichen Wechselwirkungszeiten mit der 30

stationären Phase problematisch und verschlechtern in der Regel die Leistung solcher Trennsäulen.

Molho et al. (2000, In: van den Berg et al. (Hrsg): Micro Total Analysis Systems 2000, S. 287-290) schlagen für mäanderförmige Säulen ebenfalls eine Verengung des Kanalquerschnitts im Krümmungsbereich der Trennsäule vor, die in besonderer Weise ausgeformt ist. Aufgrund der komplizierten Geometrie dieser Säulen ist deren Herstellung ebenfalls aufwendig und schwierig und weist die oben genannten Probleme auf. Zudem ist die vorgeschlagene Lösung beispielsweise für halbkreisförmige Krümmungen ungeeignet, da hier Zonen mit sehr geringen Fluidströmen geschaffen würden.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, eine Trennsäule zur Verfügung zu stellen, die bei der für Mikro-Chromatographen erforderlichen Kompaktheit eine ausreichende Länge aufweist und die Nachteile des Standes der Technik vermeidet. Insbesondere ist es Aufgabe der vorliegenden Erfindung, eine Trennsäule bereitzustellen, bei der der beschriebenen "Rennbahn"-Effekt möglichst gering gehalten wird und die dennoch einfach und kostengünstig in der Herstellung ist.

Die Lösung der Aufgabe erfolgt mit dem Gegenstand des Anspruchs 1. Vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung sind Gegenstand der Unteransprüche.

Die erfindungsgemäße Trennsäule besitzt einen Kanal für einen Fluidstrom mit zu analysierenden Molekülen (Analysatmolekülen). Die Kanäle können dadurch ausgebildet sein, daß in eine Halbleiterscheibe, beispielsweise eine Siliziumscheibe, Gräben strukturiert werden und die Siliziumscheibe durch eine

zweite Siliziumscheibe oder beispielsweise eine Glasscheibe abgedeckt wird. Die Herstellung einer solchen Kanalstruktur ist beispielsweise in der DE 19726000 beschrieben worden. Der Kanal weist gegenläufige Krümmungen mit Wendepunkten auf, an

5 denen die Krümmungsrichtung bevorzugt alternierend wechselt. Auf diese Weise erhält der Kanal eine mäanderförmige Geometrie. Ein Wendepunkt im Sinn der vorliegenden Erfindung ist ein Punkt, an dem die Krümmungsrichtung des Kanals und somit auch die Flußrichtung des durch den Kanal strömenden Fluid-

10 stroms, in die jeweils andere Richtung wechselt. Ein Fluidstrom im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jeder Gas- oder Flüssigkeitsstrom. Unter einer Krümmung im Sinne der vorliegenden Erfindung wird jeder gekrümmte Bereich des Kanals mit der gleichen Krümmungsrichtung verstanden. Eine solche Krümmung liegt zwischen zwei unmittelbar aufeinander folgenden

15 Wendepunkten, die einen Wechsel in die jeweils andere Richtung markieren. Bei der erfindungsgemäßen Trennsäule ist der mittlere Durchmesser des Kanals größer als die Strecke, die ein Analysatmolekül durch Diffusion auf seinem Weg zwischen

20 zwei aufeinander folgenden Wendepunkten zurücklegt, die einen identischen Richtungswechsel markieren. Hierunter sind Wendepunkte zu verstehen, die sich am Beginn einer Krümmung mit gleicher Krümmungsrichtung befinden.

25 In einem Trennsäulenkanal herrscht eine im wesentlichen laminaire Strömung. Der Erfindung liegt nun die überraschende Erkenntnis zugrunde, daß der oben beschriebene "Rennbahn"-Effekt vermieden werden kann, wenn die Säulengeometrie so gestaltet ist, daß verhindert wird, daß ein Analysatmolekül,

30 auf der Innenseite der Krümmung (der "Innenbahn") auf dem Weg von einem Wendepunkt zum nächsten Wendepunkt mit identischem Richtungswechsel durch Diffusion auf die gegenüberliegende

- 5 -

Seite (die "Außenbahn") des Trennsäulenkanals gelangen kann. Hierzu ist bei der erfindungsgemäßen Trennsäule vorgesehen, den Kanaldurchmesser bzw. -querschnitt größer auszustalten als die Diffusionsstrecke, die ein Analysatmolekül auf dem

5 Weg zwischen zwei aufeinander folgenden Wendepunkten zurücklegt, die denselben Richtungswechsel markieren. Auf diese Weise bleiben die Analysatmoleküle im wesentlichen auf ihrer Bahn und wechseln nicht in einer Weise zwischen "Innen-" und "Außenbahn", daß eine starke Defokussierung des Analysatpa-

10 kets die Folge ist.

Ein Maß für die Strecke, die von einem Analysatmolekül in der Zeit zurückgelegt wird, die zwischen dem Transport im Fluidstrom zwischen zwei solchen Wendepunkten vergeht, ist die

15 Diffusionslänge x_0 :

$$x_0 = 2\sqrt{Dt}$$

D ist hierbei der Diffusionskoeffizient, t die Zeit. D ist

20 u.a. von der Temperatur, dem Druck und der Molekülart abhängig. Sofern die Parameter, die den Diffusionskoeffizienten D beeinflussen, konstant gehalten werden, ist die Diffusionslänge auf einfache Weise bestimmbar.

25 In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist der mittlere Durchmesser des Kanals mindestens um eine Größenordnung, d. h. das Zehnfache, größer als die Strecke, die ein Analysatmolekül durch Diffusion auf seinem Weg zwischen zwei aufeinander folgenden Wendepunkten mit identischem Richtungswechsel zurücklegt. Dadurch wird eine Defokussierung des Analysatpaketes durch den Rennbahneffekt weitgehend vermieden.

30

- 6 -

Bei einer bevorzugten Ausführungsform ist die Zahl der Wendepunkte, die den Beginn von Krümmungen mit einer bestimmten Krümmungsrichtung markiert gleich der Zahl der Wendepunkte, die den Beginn von Krümmungen mit der entgegengesetzten Krümmungsrichtung anzeigen. Dadurch findet eine vollständige Compensation der Richtungsänderungen statt, die der Fluidstrom auf seinem Weg vom Anfang der Trennsäule zu deren Ende vornimmt, so daß der Rennbahneffekt wirksam minimiert oder verhindert werden kann. Einer Defokussierung des Analysatpaketes kann auf diese Weise begegnet werden.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform weist die Trennsäule mindestens eine Schlinge auf, die ihrerseits Schenkel besitzt, auf denen die beschriebenen Krümmungen vorgesehen sind. Der mäandernde Trennsäulenkanal bildet auf diese Weise eine übergeordnete Mäanderstruktur. Dies führt zu einer besonders kompakten Trennsäulengeometrie, so daß bei einer vorgegebenen Säulenlänge eine optimale Raumersparnis möglich ist.

20

Bevorzugt folgen die Krümmungen unmittelbar aufeinander und sind nicht durch gerade Abschnitte getrennt. Es ist bei einer erfindungsgemäßen Säule aber auch möglich, gerade Abschnitte vorzusehen. Diese sollten bevorzugt so angeordnet sein, daß vor dem geraden Abschnitt eine vollständige Compensation der Richtungsänderungen erfolgt ist. Ansonsten besteht die Gefahr, daß die Analysatmoleküle, die sich beispielsweise im Randbereich (innen oder außen) der Krümmung aufhalten auf dem Weg entlang des geraden Abschnitts durch Diffusion auf die jeweils andere Seite des Trennkanals bewegen und so eine Defokussierung des Analysatpaketes bewirken.

- 7 -

Die Schenkel der Schlingen der Trennsäule sind bevorzugt parallel zueinander angeordnet. Eine solche Geometrie ist einfacher in der Herstellung als beispielsweise eine gewinkelte Anordnung. Besonders bevorzugt liegen Krümmungen mit einer bestimmt Krümmungsrichtung auf einem Schenkel den Krümmungen mit identischer Krümmungsrichtung auf dem benachbarten Schenkel gegenüber, so daß die Krümmungen auf einer gemeinsamen, zu einer in Längsrichtung durch den Schenkel gezogenen Achse senkrecht stehenden, Linie liegen. Durch diese Anordnung ergibt sich die Möglichkeit, die beiden Schenkel einer Schlinge nahe aneinander anzuordnen, so daß eine besonders kompakte Struktur resultiert. Zudem ist diese Ausführungsform fertigungstechnisch besonders günstig.

In einer anderen Ausführungsform der Erfindung liegen den Krümmungen mit der einen Krümmungsrichtung auf dem einen Schenkel jeweils die Krümmungen mit entgegengesetzter Krümmungsrichtung auf dem benachbarten Schenkel gegenüber.

In einer weiteren bevorzugten Ausgestaltung der Erfindung sind die Schenkel durch gerade Abschnitte des Kanals miteinander verbunden. Dies ist fertigungstechnisch die einfachste Lösung. Diese geraden Abschnitte werden bevorzugt so angeordnet, daß vor dem geraden Abschnitt eine vollständige Kompensation der Richtungsänderungen durch einander ausgleichende alternierende Krümmungen erfolgt ist. Statt der beschriebenen geraden Abschnitte kann es aber auch vorgesehen sein, daß die Schenkel durch weitere Krümmungen miteinander verbunden sind. Auf diese Weise kann noch eine weitere Verlängerung der Trennsäule erreicht werden.

- 8 -

Die erfindungsgemäße Trennsäule kann auch besonders vorteilhaft mehrfach auf einem Chip, etwa einer Halbleiterscheibe (z.B. einer Siliziumscheibe) untergebracht sein, so daß gegebenenfalls mehrere Analysen parallel – auch für unterschiedliche zu analysierende Komponenten – durchgeführt werden können. Auch eine Hintereinanderschaltung mehrerer erfindungsgemäßer Trennsäulen auf einem Chip kann vorgenommen werden, ohne daß dadurch eine relevante Verschlechterung des Meßergebnisses zu befürchten ist.

10

Besonders vorteilhaft wird die erfindungsgemäße Trennsäule mit einer stationären Phase versehen, wie sie in der DE 19726000 beschrieben ist. Die Ausstattung der erfindungsgemäßen Trennsäule mit einer solchen homogenen stationären Phase ist besonders wünschenswert, um die Trennleistung weiter zu verbessern. Dadurch wird auch die Verwendung verschiedener stationärer Phasen beispielsweise mit unterschiedlichen Dicken, chemischen und/oder physikalischen Eigenschaften usw., insbesondere bei paralleler und/oder serieller Verschaltung mehrerer Trennsäulen auf einem Halbleiter-Chip, deutlich erleichtert.

Die Erfindung betrifft auch einen Mikro-Chromatographen, insbesondere einen Mikro-Gaschromatographen, mit einer oder mehreren erfindungsgemäßen Trennsäulen. Der Mikro-Chromatograph weist mindestens eine erfindungsgemäße Trennsäule auf. Der Mikro-Chromatographen kann aber auch mit mehr als einer Trennsäule ausgestattet sein. Bevorzugt sind die Trennsäulen dabei auf einem gemeinsamen Chip, etwa einem Halbleiter-Chip, einem Silizium-Wafer oder dergleichen untergebracht.

- 9 -

In einer bevorzugten Ausführungsform des Mikro-Chromatographen, sind die Trennsäulen jeweils mit unterschiedlichen stationären Phasen versehen. Die stationären Phasen unterscheiden sich dabei in ihren chemischen und/oder 5 physikalischen Eigenschaften, beispielsweise in ihrer Dicke, ihrer Zusammensetzung, ihren Wechselwirkungseigenschaften mit Analysatmolekülen usw. Besonders vorteilhaft ist der Einsatz von stationären Phasen, wie sie in der DE 19726000 beschrieben sind.

10

Die Trennsäulen auf dem Chip können bei einer besonders bevorzugten Ausführungsform des Mikro-Chromatographen beispielsweise seriell und/oder parallel miteinander verschaltet sein. Bei serieller Verschaltung werden mindestens zwei erfindungsgemäße Trennsäulen hintereinander angeordnet, so daß 15 ein Fluidstrom die Trennsäulen nacheinander durchströmt. Bei paralleler Verschaltung werden mindestens zwei Trennsäulen so angeordnet, daß sie von getrennten Fluidströmen durchströmt werden. Dabei kann es sich auch um einen Fluidstrom handeln, 20 der vor den parallel geschalteten Trennsäulen geteilt wurde. Serielle und parallele Säulenschaltung können auf einem Chip bzw. Wafer auch kombiniert werden. Solche Mikro-Chromato-gra-phen sind insbesondere deshalb interessant, weil mit ihrer Hilfe gleichzeitige Parallelmessungen der gleichen Probenkom-25 ponente(n) und/oder gleichzeitige Messungen verschiedener Probenkomponenten möglich sind. Durch den Einsatz der erfindungsgemäßen Trennsäule wird die Bereitstellung eines solchen Mehrfachmessgerätes möglich, ohne daß hierbei wesentliche Ab-striche bei der Qualität der Messung, insbesondere der Trenn-30 leistung, hingenommen werden müssen.

- 10 -

Im folgenden wird die Erfindung anhand der Figuren 1 bis 4 näher erläutert. Es zeigt:

5 Fig. 1 Eine Draufsicht auf eine Trennsäule nach dem Stand der Technik.

Fig. 2 Eine Draufsicht auf eine Ausführungsform der Erfindung.

10 Fig. 3 Eine Draufsicht auf eine zweite Ausführungsform der Erfindung.

15 Fig. 4 Eine Draufsicht auf eine weitere Ausführungsform der Erfindung.

Fig. 1 zeigt schematisch eine aus dem Stand der Technik bekannte Trennsäule für einen Mikro-Chromatographen. Die Trennsäule 1 weist Schlingen 13 mit Schenkeln 22, 23 auf, so daß sich eine mäanderartige Struktur ergibt. Zwischen den Krümmungen 14, 21 befinden sich lange gerade Abschnitte. Bei dieser Säulengeometrie werden die Analysatmoleküle beim Durchlaufen der Krümmungen 14, 21 durch den "Rennbahn"-Effekt defokussiert, ohne daß eine entsprechende Kompensation stattfindet. Durch Diffusion verteilen sich die Analysatmoleküle auf dem geraden Abschnitt zwischen zwei Krümmungen 14, 21 zufällig über den Kanalquerschnitt, so daß ein Analysatmolekül, daß beispielsweise in der vorherigen Krümmung 14, 21 auf einer "Innenbahn" lag, bis zum Durchlaufen der folgenden Krümmung 14, 21 auf die andere Seite des Kanals wandern kann, so daß es sich hier erneut auf einer "Innenbahn" bewegt. Dadurch, daß der Kanalquerschnitt bzw. -durchmesser kleiner ist als die Strecke, die ein Analysatmolekül durch Diffusion auf

- 11 -

seinem Weg zwischen zwei Wendepunkten 29, 30 zurücklegt, findet eine Defokussierung des Analysatpaketes statt. Für eine solche Trennsäule nach dem Stand der Technik ist dieser Effekt besonders deutlich von Molho et al. (2000, In: van den 5 Berg et al. (Hrsg): Micro Total Analysis Systems 2000, S. 287-290) nachgewiesen worden.

Fig. 2 zeigt eine bevorzugte Ausführungsform der vorliegenden Erfindung. Zwischen dem Eingang 5 und Ausgang 6 der Trennsäule 1 bildet die Trennsäule 1 Schlingen 13 (hier vier Stück) mit Schenkeln 22, 23. Der in eine Siliziumscheibe (einen Si-Wafer) mit Hilfe von Standardverfahren der Mikrosystemtechnik, beispielsweise lithographischen Verfahren, strukturierte Kanal 2 weist einen mäanderförmigen Verlauf auf. Dieser entsteht durch aufeinanderfolgende Krümmungen 3, 4. Die Krümmungen 3 weisen eine Krümmungsrichtung auf, die der der Krümmungen 4 entgegengesetzt ist. Nimmt man eine Strömungsrichtung des Fluidstroms vom Trennsäuleneingang 5 zum Trennsäulenausgang 6 an, so weisen die Krümmungen 3 in der Draufsicht eine Krümmung im Uhrzeigersinn auf, während die Krümmungen 4 eine Krümmung entgegen dem Uhrzeigersinn zeigen. An Stellen mit einem Wechsel der Krümmungsrichtung liegen Wendepunkte 7, 7a bzw. 8, 8a. Diese Wendepunkte liegen auf einer durch einen Schenkel 22, 23 gezogenen gedachten Längsachse 9. Die Krümmungen 3, 4 folgen unmittelbar aufeinander, ohne einen geraden Abschnitt dazwischen. Dadurch, daß der mittlere Durchmesser des Kanals 2 größer ist als die Strecke, die ein Analysatmolekül durch Diffusion auf seinem Weg zwischen zwei Wendepunkten (7, 7a; 8, 8a) zurücklegt, wird eine Defokussierung 20 des Analysatpaketes weitgehend vermieden. Die Zahl der Krümmungen 3 entspricht bevorzugt der Zahl der entgegengesetzten Krümmungen 4, so daß eine Kompensation der Richtungsänderun- 25 30

gen erfolgt. Bei der dargestellten Ausführungsform liegen die Krümmungen 3 in Draufsicht unmittelbar übereinander auf einer gedachten, zur Längsachse 9 senkrecht stehenden, Linie 24. Entsprechend liegen auch die Krümmungen 4 unmittelbar über- 5 einander. Dadurch können die zueinander parallel verlaufenden Schenkel 22, 23 nahe beieinander angeordnet werden. Die Schenkel 22 sind mit dem jeweils benachbarten Schenkel 23 über gerade Kanalabschnitte 12, 19 sowie Krümmungen 10, 11 verbunden. Im Gegensatz zu den Krümmungen 3, 4 beschreiben 10 die Krümmungen 10, 11 keinen Halbkreis, sondern lediglich ei- nen Viertelkreis, d.h. einen Winkel von etwa 90°. Auch hier erfolgt eine weitgehende Kompensation der Richtungsänderun- gen. Im übrigen ist es für die Trennleistung der erfindungs- gemäßen Trennsäule 1 vernachlässigbar, wenn einzelne Krümmun- 15 gen 3, 4, 10, 11 etwa zum Eingang 5 und/oder Ausgang 6 der Trennsäule 1 hin keine entsprechende Kompensation erfahren. Die geraden Abschnitte 12, 19 sind an Stellen angeordnet, vor denen eine vollständige Kompensation der Richtungsänderungen stattgefunden hat, so daß hier der für die Säule in Fig. 1 20 beschriebene Effekt nicht auftreten kann. Nach dem Eintritt in die Säule beim Eingang 5 erreicht der Fluidstrom den er- sten Wendepunkt 7, der den Beginn der ersten Krümmung 4 mar- kiert. Dort erfolgt eine Richtungsänderung entgegen dem Uhr- zeigersinn. Nach Durchlaufen der Krümmung 4 erreicht der Flu- 25 idstrom den ersten Wendepunkt 8, der den Beginn der ersten Krümmung 3 markiert, wo eine Richtungsänderung mit dem Uhr- zeigersinn erfolgt. Die von der ersten Krümmung 4 bewirkte Richtungsänderung ist nach Durchlaufen der ersten Krümmung 3 kompensiert. Nach dem Durchlaufen der ersten Krümmung 3 er- 30 reicht der Fluidstrom den Wendepunkt 7a, bei dem ebenfalls eine Richtungsänderung entgegen dem Uhrzeigersinn erfolgt. Am Wendepunkt 8a erfolgt erneut eine Richtungsänderung mit dem

- 13 -

Uhrzeigersinn usw. Nach Durchlaufen des Schenkels 22 der ersten Schlinge 13 durchläuft der Fluidstrom einen ersten geraden Abschnitt 12 sowie eine erste Krümmung 10, durchläuft den Schenkel 23 in einer Richtung, die der durch den Schenkel 22 5 entgegengesetzt ist, und tritt über eine erste Krümmung 11 und einen ersten geraden Abschnitt 19 in den Schenkel 22 der zweiten Schlinge 13 ein. Nach dem Durchlaufen der zweiten Schlinge 13 sowie zweier weiterer Schlingen 13 tritt der Fluidstrom aus dem Ausgang 6 der Säule aus und gelangt hier ent- 10 weder in eine nachgeschaltete Trennsäule 1 und/oder in einen Detektor.

Die Figuren 3 und 4 zeigen zwei weitere bevorzugte Ausgestaltungen der Erfindung. Im Unterschied zu der in Fig. 2 gezeigten 15 Trennsäule 1 liegen die Krümmungen 3, 4 auf benachbarten Schenkeln 22, 23 nicht jeweils unmittelbar übereinander, sondern so versetzt, daß auf einer gedachten, zur Achse 9 senkrecht stehenden, Linie 25 eine Krümmung 3 jeweils über einer Krümmung 4 liegt bzw. dieser benachbart ist. Bei der in Figur 20 3 dargestellten Ausführungsform sind die Schenkel 22, 23 durch gerade Abschnitte 17, 20 miteinander verbunden, während bei der in Figur 4 dargestellten Ausführungsform die Schenkel 22, 23 durch Krümmungen 15, 18, 16 bzw. 26, 28, 27 verbunden sind, so daß in diesen Bereichen eine kleeblattartige Struktur 25 resultiert. Die Krümmungen 18, 28 weisen dabei einen im wesentlichen halbkreisförmigen Verlauf auf, während die Krümmungen 15, 16, 26, 27 lediglich im wesentlichen einen Vier- telkreis beschreiben. Bei beiden Ausführungsformen erfolgt eine vollständige Kompensation der erfolgten Richtungsänderungen. 30

Bezugszeichenliste:

1. Trennsäule
2. Kanal
- 5 3. Krümmung
4. Krümmung
5. Trennsäuleneingang
6. Trennsäulenausgang
7. Wendepunkt
- 10 8. Wendepunkt
9. Achse
10. Krümmung
11. Krümmung
12. Abschnitt
- 15 13. Schlinge
14. Krümmung
15. Krümmung
16. Krümmung
17. Abschnitt
- 20 18. Krümmung
19. Abschnitt
20. Abschnitt
21. Krümmung
22. Schenkel
- 25 23. Schenkel
24. Linie
25. Linie
26. Krümmung
27. Krümmung
- 30 28. Krümmung
29. Wendepunkt
30. Wendepunkt

PATENTANSPRÜCHE

1. Trennsäule, insbesondere für einen miniaturisierten Gaschromatographen, mit einem Kanal (2) für einen Fluidstrom mit zu analysierenden Molekülen (Analysatmolekülen), wobei der Kanal (2) gegenläufige Krümmungen (3, 4) mit Wendepunkten (7, 8) aufweist, dadurch gekennzeichnet, daß der mittlere Durchmesser des Kanals (2) größer ist als die Strecke, die ein Analysatmolekül durch Diffusion auf seinem Weg zwischen zwei Wendepunkten (7, 7a; 8, 8a) zurücklegt.
2. Trennsäule nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der mittlere Durchmesser des Kanals (2) mindestens um das Zehnfache größer ist als die Strecke, die ein Analysatmolekül durch Diffusion auf seinem Weg zwischen zwei Wendepunkten (7, 7a; 8, 8a) zurücklegt.
3. Trennsäule nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Zahl der Wendepunkte (7, 7a) gleich der Zahl der Wendepunkte (8, 8a) ist.
4. Trennsäule nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Trennsäule (1) mindestens eine Schlinge (13) aufweist, auf deren Schenkeln (22, 23) die Krümmungen (3, 4) vorgesehen sind.
5. Trennsäule nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Krümmungen (3, 4) unmittelbar aufeinander folgen.

- 16 -

6. Trennsäule nach einem der Ansprüche 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Schenkel (22, 23) im wesentlichen parallel verlaufen.

5 7. Trennsäule nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Krümmungen (3) auf den Schenkeln (22, 23) einander gegenüberliegen, so daß die Krümmungen (3) auf einer gemeinsamen, zu einer in Längsrichtung durch den Schenkel (22) gezogenen Achse 9 senkrecht stehenden, Linie (24) liegen.

10

8. Trennsäule nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß den Krümmungen (3) auf dem Schenkel (22) jeweils die Krümmungen (4) auf dem benachbarten Schenkel (23) gegenüberliegen.

15 9. Trennsäule nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Schenkel (22, 23) durch gerade Abschnitte (12, 19, 17, 20) verbunden sind.

20 10. Trennsäule nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Schenkel (22, 23) durch Krümmungen (15, 18, 16, 26, 27, 28) miteinander verbunden sind.

25 11. Mikro-Chromatograph, insbesondere Mikro-Gaschromatograph, dadurch gekennzeichnet, daß der Mikro-Chromatograph mindestens eine Trennsäule (1) nach einem der Ansprüche bis 1 bis 10 aufweist.

30 12. Mikro-Chromatograph nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß der Mikro-Chromatograph mehrere Trennsäulen (1) auf einem gemeinsamen Halbleiter-Chip, insbesondere einem Silizium-Chip, aufweist.

- 17 -

13. Mikro-Chromatograph nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Trennsäulen (1) jeweils mit stationären Phasen versehen sind, die unterschiedliche chemische und/oder physikalische Eigenschaften aufweisen.

5

14. Mikro-Chromatograph nach einem der Ansprüche 12 oder 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Trennsäulen (1) auf dem Chip seriell und/oder parallel miteinander verschaltet sind.

10

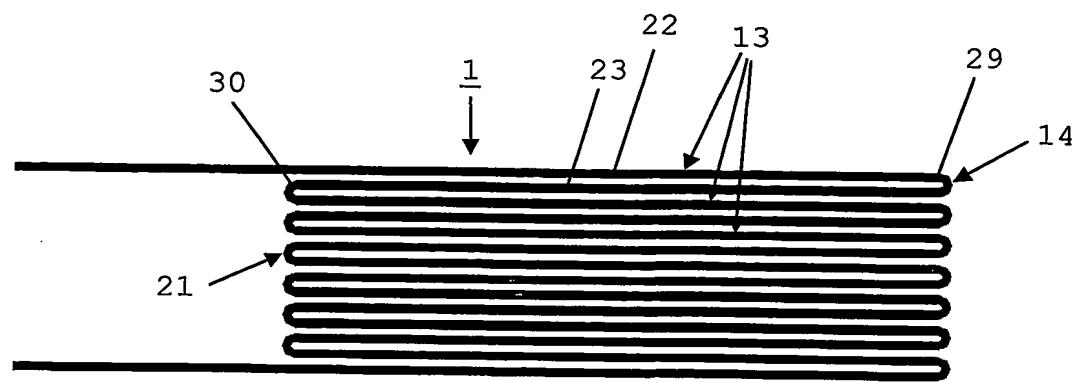


Fig. 1
(Stand der Technik)

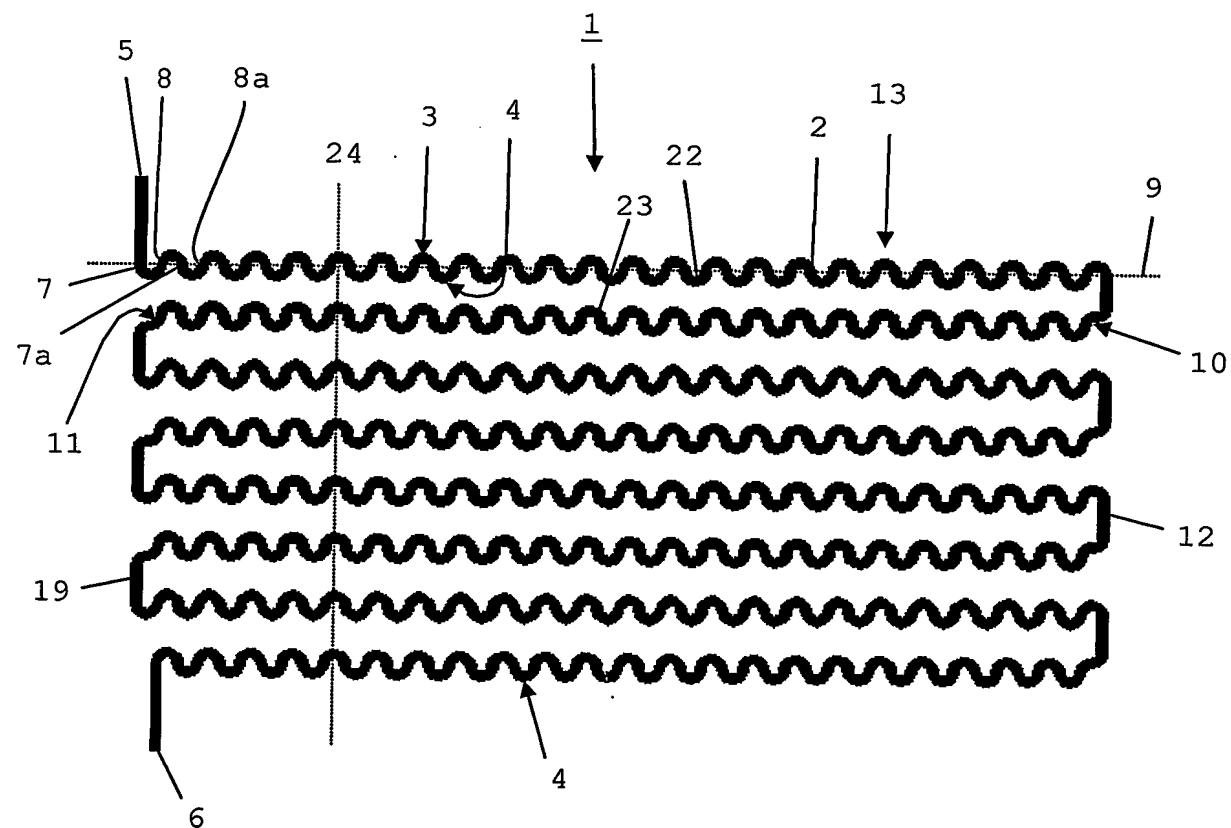


Fig. 2

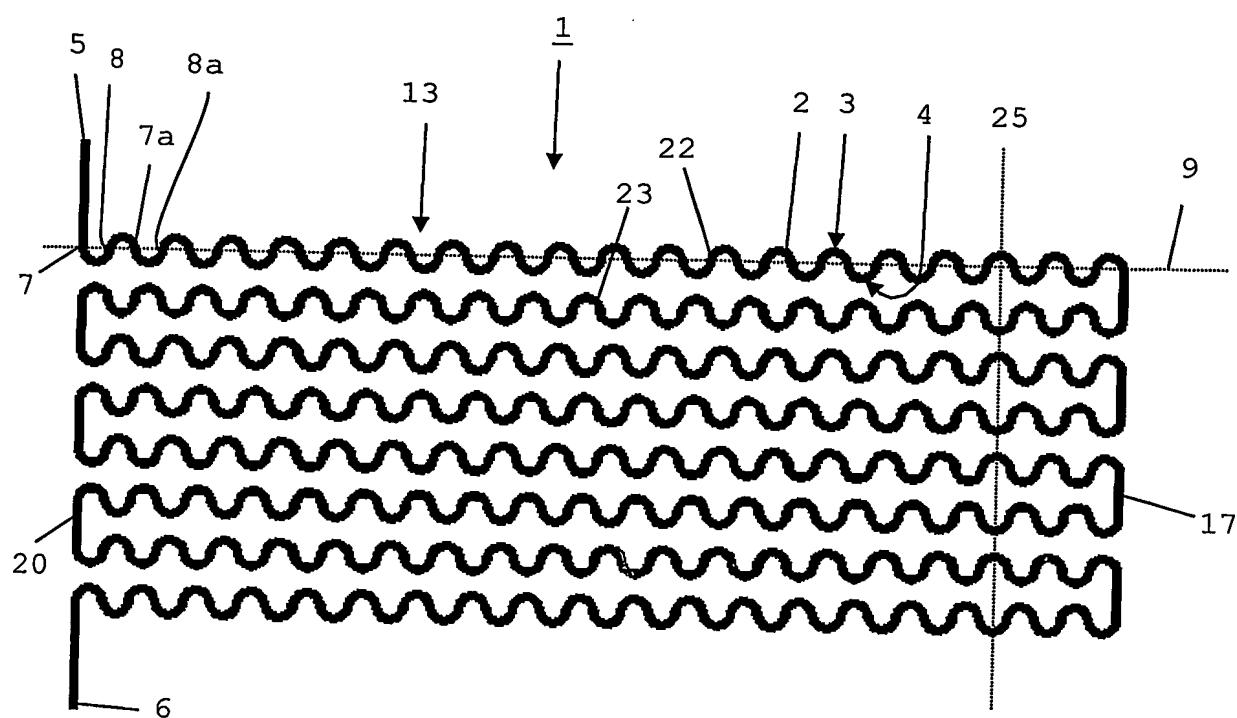


Fig. 3

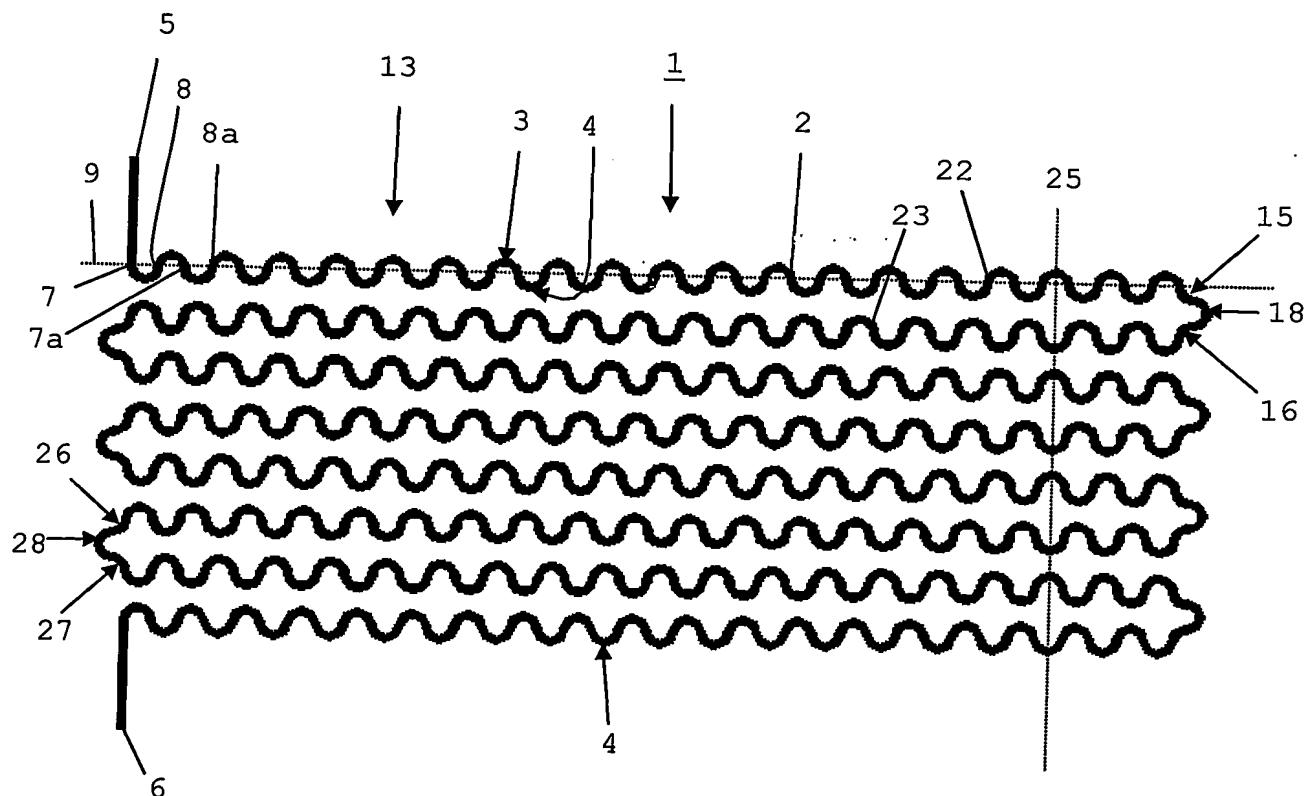


Fig. 4